



2,000円

特許庁長官 三宅 幸夫 殿

特許 第 49-92382 号
昭和 49 年 2 月 21 日

(特許法第 44 条第 1 項
(1) の規定による特許出願)
昭和 48 年 2 月 21 日

1. 発明の名称 センイザリヨウ センヨクホウ
繊維材料の染色法
2. 原特許出願の表示 昭和 47 年特許出願第 89571 号
(昭和 47 年 9 月 8 日)

3. 発明者
住 所 埼玉県与野市上落合 1089 番地
氏 名 コ イノ ヨウイチ (ほか 2 名)

4. 特許出願人
住 所 東京都千代田区丸の内一丁目 2 番 1 号
氏 名 (408) 日本化薬株式会社
代表者取締役社長 原 安 三 郎

5. 代 理 人 〒 1 0 0
住 所 東京都千代田区丸の内一丁目 2 番 1 号
氏 名 日本化薬株式会社内 田 (216) 0461
(6126) 弁理士 竹 田 和 彦

6. 添付書類の目録

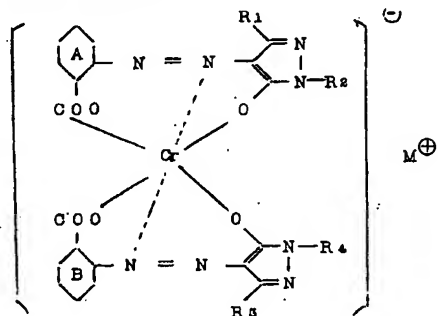
- (1) 明 細 書 1 通
- (2) 願 書 副 本 1 通
- (3) 委 任 状 1 通

照合済



明 細 書

1. 発明の名称
繊維材料の染色法
2. 特許請求の範囲
下記一般式 (1)



(式中 R₁, R₂ は共にフェニル基か又は何れか一方がフェニル基で他はメチル基とし R₃, R₄ は R₁, R₂ が共にフェニル基の場合はフェニル基又はナフチル基で、R₁, R₂ の何れか一方がフェニル基で他はメチル基の時は共にナフチル基か又は一方がナフチル基で他はフェニル基とする。A, B 及び R₁,

① 日本国特許庁 公開特許公報

- ① 特開昭 49-92382
 - ④ 公開日 昭 49.(1974) 9. 3
 - ② 特願昭 48-20233
 - ② 出願日 昭 47.(1972) 9. 8
- 審査請求 有 (全 6 頁)

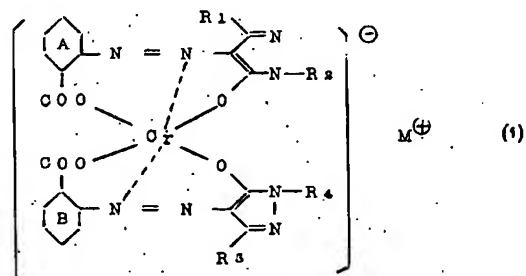
庁内整理番号 ⑤ 日本分類

6540 47 48 B0
7142 47 23 D3

R₃, R₄ がフェニル基の場合は夫々低級アルキル基、低級アルコキシ基、ハロゲン、ニトロ基を有していてもよく、A 又は R₃ の何れかひとつはスルホン酸基を有するものとする。M はアルカリ又はアルカリ土類金属を表わす。) にて示される新規染料を使用することを特徴とする繊維材料の染色法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は一般式 (1)



(式中 R₁, R₂ は共にフェニル基か、又は何れか一方がフェニル基で他はメチル基とし、R₃, R₄ は R₁, R₂ が共にフェニル基の場合はフェニル基又はナフチル基で、R₁, R₂ の何れか一方がフェニル基で他

はメチル基の時は共にナフタリン基か又は一方がナフチル基で他はフェニル基とする。A, B 及び R₁, R₂, R₃, R₄がフェニル基の場合は夫々低級アルキル基、低級アルコキシ基、ハロゲン、ニトロ基を有してよく A 又は R₂の何れかひとつはスルホン酸基を有するものとする。M はアルカリ又はアルカリ土類金属を表わす。)

にて示される新規染料を使用することを特徴とする繊維材料の染色法に関するものである。

カップリング成分として一般のピラゾン誘導体を有する染料が含金属酸性染料として繊維材料の染色及び捺染に適用されること自身は公知である。

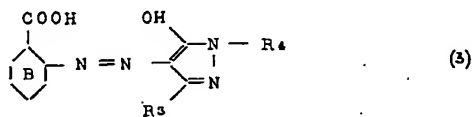
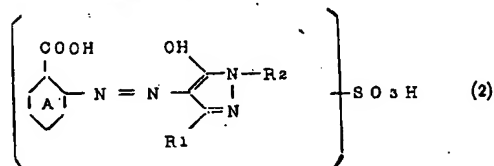
本発明者等はこの種の染料の構造と性質との関係を検討するうちに前記一般式(1)で表わされる染料が優れた堅牢度を有する上に独特の鮮明な黄色の染色物を与えることを見出した。

本発明の方法に用いられる繊維材料としては羊毛、ポリアミド、絹等の含窒素系繊維、ポリビニルアルコール系繊維、ポリウレタン系繊維を挙げることができる。

することによつて行われる。

本発明に用いられる前記一般式(1)で表わされる染料はそれ自身新規染料であり、種々の方法で合成される。

例えば後記一般式(2)及び(3)のモノアゾ染料



(式中の各記号は一般式(1)に於いて与えた意味を持つ)は弱酸性ないしアルカリ性媒質中でカップリングさせることによつて公知の方法で作ることができる。この工程で使用されるジアゾ化合物は例えば 2-アミノ安息香酸、2-アミノ-4-スルホ安息香酸、2-アミノ-4-クロロ安息香酸、2-アミノ-4-ブロム安息香酸、2-ア

本発明方法による染色は繊維材料に対し常法の浸染、捺染、パッディング染色法等広範囲に適用しうる。

含窒素系繊維の浸染は芒硝、食塩、酢酸アンモニウム、硫酸アンモニウム等のアンモニウム塩、酢酸、蟻酸等の無機或は有機酸を含む染浴で一般には 90 ~ 100 °C の温度で行われる。

パッディング染色は染料、尿素、アルギン酸ナトリウムの如きマイグレーション防止剤、染料溶解剤、浸透剤等で成るパッディング液を調整し、繊維をパッドした後比較的高い温度、例えば 100 ~ 120 °C 位で乾熱又は蒸熱する。場合によつては蟻酸又は蟻酸等の無機、有機酸を含むアンソッドシヨック浴に 70 ~ 100 °C、10 秒 ~ 5 分間処理することによつて行われる。この場合パッディング後、蒸熱或は乾熱の代りに若干の酸性物質を含む水浴で煮沸してもよい。

捺染は染料と糊材とを混合し、更に硫酸アンモニウム、酒石酸アンモニウム、酢酸等の酸発生剤或は有機酸を添加した色糊を印捺し蒸熱又は乾熱

ミノ-5-スルホ安息香酸、2-アミノ-5-ニトロ安息香酸、2-アミノ-3 又は -5-ニトロ-4-スルホ安息香酸、2-アミノ-3-メトキシ安息香酸、2-アミノ-3 又は 4-スルホ-5-クロ安息香酸、2-アミノ-3 又は 4-メチル安息香酸、2-アミノ-4-メトキシ-5-ブロム安息香酸の様なアミンから誘導される。

又カップリング成分としては

- 1-(2'-エチルフエニル)-3-メチル-5-ピラゾン
- 1-(4'-ブロムフェニル)-3-メチル-5-ピラゾン
- 1-(2'-クロロ-6'-メチルフエニル)-3-メチル-5-ピラゾン
- 1-(3'-ニトロフェニル)-3-メチル-5-ピラゾン
- 1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾン
- 1-(2'-, 3'-, 又は 4'-クロロフェニル)-3-メチル-5-ピラゾン
- 1-(2', 5'-又は 3', 4'-ジクロロフェニル)-3-メチル-5-ピラゾン
- 1-(2', 5'-ジブロムフェニル)-3-メチル-5-ピラゾン
- 1-(2', 4', 6'-トリクロロフェニル)-3-メチル-5-ピラゾン
- 1-(4'-ニトロフェニル)-3-メチル-5-ピラゾン
- 1-(2'-ニトロ-5'-クロロフェニル)-3-メチル-5-ピラゾン
- 1-(2'-メトキシ-5'-メチルフエニル)-3-メチル-5-ピラゾン

1-(2',5'-ジメトキシフェニル)-3-メチル-5-ピラゾロン

1-(1'-ナフチル)-3-メチル-5-ピラゾロン

1,3-ジフェニル-5-ピラゾロン

1-(2'-, 3'-, 又は4'-ニトロフェニル)-3-フェニル-5-ピラゾ
ロン

1-(2', 3, -又は4'-クロロフェニル)-3-フェニル-5-ピラゾ

1-(2'-, 3'-又は4'-プロルフェニル)-3-フェニル-5-ピラゾ
ン

1-フェニル-3-(2'-, 3'-又は4'-クロロフェニル)-5-ピラゾ
ン

1-フェニル-3-(2'-, 3'-又は4'-ニトロフェニル)-5-ピラゾロ
ン

1-(2'-, 3'-又は4'-クロロフェニル)-3-(2'-, 3'-又は4'-エチルフェニル)-5-ピラゾロン

1-(2'-, 3'-又は4'-メトキシフェニル)-3-(2'-, 3'-又は4'-クロロフェニル)-5-ピラゾロン

1-(2'-, 3'-又は4'-ニトロフェニル)-3-(2'-, 3'-又は4'-クロロフェニル)-5-ピラゾロン

1-(2'-5'-ジメトキシプエニル)-3-(2'-, 5'-又は4'-ニトロ
 プエニル)-5-ピラゾロン

1-(2'-クロロ-4'-ニトロフェニル)-3-(2',3'-ジメチル-5-クロロフェニル)-5-ピラゾロン

1-(2'-メチル-4'-クロロフェニル)-3-フェニル-5-ピラゾロン

$$1-(4'-\text{メトキシフェニル})-3-(2',4'-ジクロロフェニル)-5-$$

1-フェニル-3-(2',4'-ジクロロ-5'-メチルフェニル)-5-ピラゾロン

1-フェニル-3-(2'-ニトロ-3'-メトキシフェニル)-5-ピラゾロン

1-フェニル-3-(3'-メチルフェニル)-5-ピラゾロン

1-(1'-ナフチル)-3-フェニル-5-ピラゾロン

などがあげられ式(2)の場合は更に

1-(4'-スルホフェニル)-3-メチル-5-ピラゾロン

1-(2'-クロロ-4'-スルホフェニル)-3-メチル-5-ピラゾロン

1-(2'-スルホ-4'-メチル-5'-クロロフェニル)-3-メチル-5-
ピラゾロン

1-(2'-スルホ-4'-ニトロフェニル)-3-メチル-5-ピラゾロン

1-(2',5'-ジクロロ-4'-スルホフェニル)-3-メチル-5-ピラゾロ

1-(4'-スルホナフチル-1')-3-メチル-5-ピラゾロン

1-(5'-スルホナフチル-1')-3-メチル-5-ピラゾロン

1-(2', 5'-ジメトキシ-4'-スルホフェニル)-3-メチル-5-ピラゾ
ロン

1-(2', 3'-又は4'-スルホフェニル)-3-フェニル-5-ピラゾロン

1-(2'-スルホ-4'-メチル-5'-クロロ)-3-(2'-, 3'-又は
4'-メトキシフェニル)-5-ピラゾロン

1-(2'-クロロ-4'-スルホフェニル)-3-フェニル-5-ビラゾロン

1-(4'-スルホフェニル)-3-(3'-メトキシフェニル)-5-ピラゾロン

1-(2', 5'-ジメトキシ-4'-スルホフェニル)-3-フェニル-5-ピラ
ゾロン

1-(5'-スルホナブチル-1')-3-フェニル-5-ピラゾロン

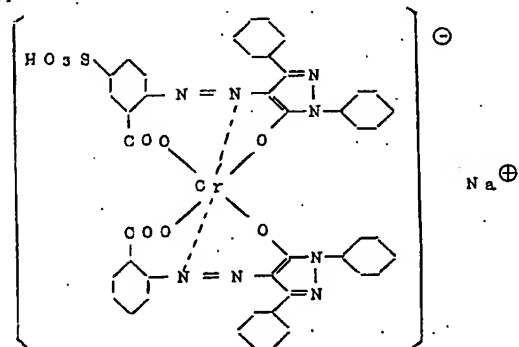
などがあげられる。

次に前記一般式(2)又は(3)の染料を1:1クロム

錯塩に転化させることは普通よく知られた方法でクロム錯塩化剤を反応させることによつてできる。この1:1クロム錯塩染料と金属を含まない染料との反応は弱酸性又は弱アルカリ性の水溶性溶媒又は有機溶媒^中で50~120℃で行うのが都合がよい。

一般に使用する 1 : 1 クロム酸塩と金属を含まない染料との割合はできるだけ当量比に近いのが有利である。次に本発明方法を実施例によつて説明する。実施例中部とあるのは重量部である。

实施例 1



前記構造式で表わされる染料 0.03 部を 150 部の水に溶解し無水芒硝 0.15 部、酢酸アンモニウム等のアンモニウム塩を 0.15 部加え、羊毛 3 部を加えて 20 ~ 60 分で常温から 100 °C に昇温、その温度で 30 ~ 60 分染色する。所望により更に酢酸を添加し染料の吸尽を促進させてもよい。日光及び洗濯に堅牢で鮮明な黄色の染色物が得られた。

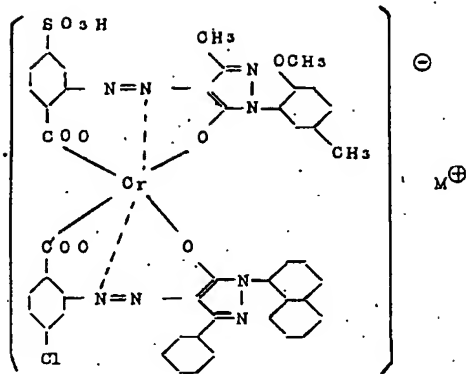
实施例 2

実施例 1 で使用した染料 2 部、尿素 5 部を 100 部の水に溶解しこの溶液にナイロンタフタをバンディングし予備乾燥した後 180℃で 3 秒間乾燥する。次いで鐵酞 0.6 部を含む 100 部の鐵酞水溶液で 100℃、20 秒間処理し水洗乾燥すると日光及び洗濯に堅牢な鮮明な黄色の染色物が得られた。

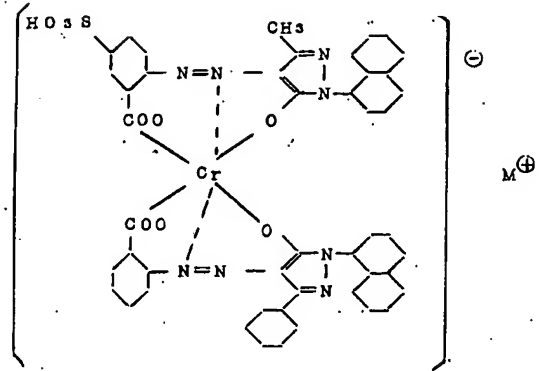
实施例 3

同じく実施例 1 で使用した染料 2 部、尿素 5 部
を 100 部の水に溶解しこの液にナイロンタフタ
をパッディングし予備乾燥した後 120℃で 2 分

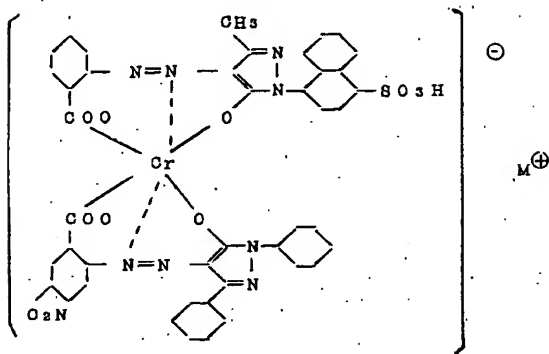
実施例 1 1



実施例 1 3



実施例 1 2



7. 前記以外の発明者

オオミヤ キタブクロ
住所 埼玉県大宮市北袋2の336
氏名 セノウ ヒロシ
妹 尾 洋

フキヤウ コシカワ
住所 東京都文京区小石川4の12-8
氏名 イ トウ コウ ジ
伊 藤 孝 滋

手 続 補 正 書

昭和 48 年 7 月 10 日

特許庁長官 三 宅 幸 夫 殿

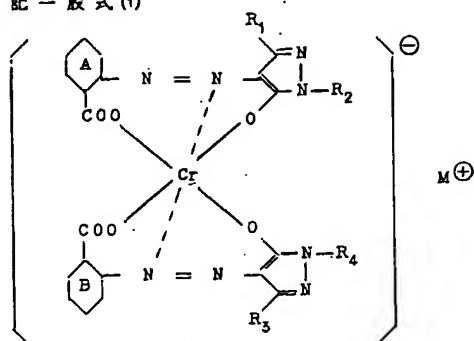
1. 事件の表示
昭和 4 8 年 特 許 願 第 2 0 2 3 3 号
2. 発明の名称
繊維材料の染色法
3. 補正をする者
事件との関係 特 許 出 願 人
東京都千代田区丸の内一丁目2番1号
(408) 日本化薬株式会社
代表者 取締役社長 原 安三郎
4. 代 理 人
東京都千代田区丸の内一丁目2番1号
日本化薬株式会社内
(6126) 弁理士 竹 田 和 彦 参
5. 補正命令の日付
(自 発)
6. 補正により増加する発明の数
なし
7. 補 正 の 対 象
明細書の特許請求の範囲及び発明の詳細な説明の欄
8. 補 正 の 内 容
別紙の通り

補 正 の 内 容

(1) 明細書第1頁の特許請求の範囲を次のとおり訂正する。

2 特許請求の範囲

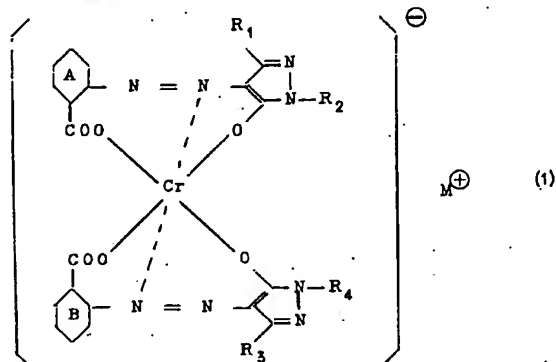
下記一般式(1)



(式中 R_1 , R_3 は共にフェニル基か又は何れか一方がフェニル基で他はメチル基とし R_2 , R_4 は R_1 , R_3 が共にフェニル基の場合にフェニル基又はナフチル基で、 R_1 , R_3 の何れか一方がフェニル基で他はメチル基の時は共にナフチル基か又は一方がナフチル基で他はフェニル基とする。A, B 及び R_1 , R_2 , R_3 ,

R_4 がフェニル基の場合は夫々低級アルキル基、低級アルコキシ基、ハロゲン、ニトロ基を有していてもよく、A 又は R_2 の何れか一方に1個のスルホン酸基を有するものとする。M はアルカリ又はアルカリ土類金属を表わす。)にて示される新規染料を使用することを特徴とする繊維材料の染色法。

(2) 明細書第2頁一般式(1)を次のとおり訂正する。



(3) 明細書第3頁第5行目にて「A 又は R_2 の何れかひとつは」とある部分を「A 又は R_2 の何れか一方に1個の」と訂正する。

(4) 明細書第14頁の実施例9の構造式を次のとおり訂正する。

